

Г.А. Хуткина

## ЭФФЕКТИВНОСТЬ РЕКУПЕРАЦИИ ВОДОЙ ЭТИЛОВОГО СПИРТА ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ ПРИ ПО- ЛУЧЕНИИ ФИТОПРЕПАРАТОВ (сообщение 2)

Витебский государственный  
медицинский университет

Ранее нами сообщалось о теоретическом и экспериментальном изучении эффективности рекуперации водой поглощенного этилового спирта из шрота листьев красавки. Была доказана возможность применения математических расчетов для теоретического определения эффективности извлечения водой экстрагента, удержанного отработанными листьями красавки [4].

Цель данной работы – определить теоретически и экспериментально эффективность рекуперации поглощенного этилового спирта методом вытеснения водой из отработанного сырья боярышника.

### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В эксперименте использовали плоды боярышника (Улановичи, 2000 г), соответствующие требованиям фармакопейной статьи [2], содержащие 28,05 % экстрактивных веществ и 6 % влаги.

10 г измельченных плодов боярышника укладывали в лабораторный стеклянный экстрактор и экстрагировали 90 % этиловым спиртом методом 4-х кратной мацерации в статических условиях. Слив максимально спиртовое извлечение (самотеком), приступали к рекуперации поглощенного экстрагента водой. Для этого сырье в экстракторе дважды заливали водой до «зеркала» и настаивали каждый раз в течение 1 часа, так как ранее нами было установлено, что данная продолжительность обработки шрота плодов боярышника водой достаточна для эффективной рекуперации спирта [3]. Водные рекуператы представляли собой вязкие растворы в результате экстрагирования пектиновых веществ. На каждой стадии экстрактор с сырьем взвешивали с точностью до 0,01 г

и определяли массу залитого объема экстрагента и слитого извлечения. При определении массы жидкой фазы в экстракторе учитывали содержание влаги и экстрактивных веществ в навеске сырья, а также выход экстрактивных веществ из плодов боярышника на каждой стадии экстракционного процесса (см. табл. 1).

Количество абсолютного этилового спирта (Э), извлеченного водой, определяли по формуле:

$$\text{Э} = \frac{M_1 \times U}{M_2},$$

где  $M_1$  – масса водного слива,

$U$  – масса абсолютного этилового спирта, поглощенного отработанным сырьем,

$M_2$  – масса жидкой фазы в системе сырье-экстрагент.

Расчеты проводили следующим образом. При экстрагировании 10,0 г измельченных плодов боярышника с содержанием 2,805 г экстрактивных веществ и 0,6 г влаги использовали 69,61 г этилового спирта 90 % (85,66 % по массе), что составило 59,63 г абсолютного этилового спирта.

Масса жидкой фазы в системе сырье-экстрагент с учетом влажности сырья составила: 69,61 г + 0,6 г = 70,21 г. Концентрация этилового спирта в данной жидкой фазе была равна 84,93 % по массе.

После максимального слива спиртового извлечения сырьем удержано 7,5 г этилового спирта концентрации 84,93 %, что составило 6,37 г абсолютного этилового спирта.

После экстрагирования этиловым спиртом в сырье вместе с поглощенным экстрагентом осталось 1,81 г экстрактивных веществ (извлечено 35,47 % экстрактивных веществ).

Масса жидкой фазы при настаивании шрота плодов боярышника с водой равна сумме массы залитой воды, массы удержанного этилового спирта, массы оставшихся экстрактивных веществ и влаги навески сырья. При 1-ой мацерации водой масса жидкой фазы равна: 22,38 г + 7,5 г + 1,81 г + 0,6 г = 32,29 г. Зная, что масса слитого водного извлечения составила 16,47 г, используя формулу (1), находили массу

извлеченного этилового спирта ( $\mathcal{E}_1$ ) при 1-ой мацерации водой:

$$\mathcal{E}_1 = \frac{16,47 \times 6,37}{32,29} = 3,25 \text{ г}$$

Масса жидкой фазы при 2-ом настаивании шрота плодов боярышника с водой равна сумме массы жидкости, оставшейся в сырье после слива 1-го водного рекуперата, и массы залитой воды: 15,83 г + 11,28 г = 27,11 г. Зная, что масса слитого извлечения составила 10,02 г, а остаток этилового спирта равен 3,12 г (6,37 г – 3,25 г), находили массу извлеченного экстрагента ( $\mathcal{E}_2$ ) при 2-ой мацерации водой:

$$\mathcal{E}_2 = \frac{10,02 \times 3,12}{27,11} = 1,15 \text{ г}$$

Суммарно извлечено абсолютного этилового спирта: 3,25 г + 1,15 г = 4,40 г, что составило 69,07 % от удержанного сырьем абсолютного этилового спирта.

Результаты расчетов 5-ти параллельных исследований представлены в табл. 2.

Водные рекуператы объединяли и определяли содержание этилового спирта дистилляционным методом [1]. Результаты теоретических расчетов сравнивали с фактической концентрацией этилового спирта в водных извлечениях (см. табл. 3).

Для проверки статистической достоверности гипотезы  $X_1 = X_2$  вычисляли критерий Фишера:  $F = 1,46 < F(99\%, 4, 4) = 15,98$ , т. е. различие значений дисперсий  $S_1^2$  и  $S_2^2$  статистически недостоверно.

Значение критерия Стьюдента:  $t = 3,75 > t(95\%, 8) = 2,36$ , следовательно разница между средними значениями концентрации этилового спирта, определенными различными методами, является значимой.

## ВЫВОДЫ

Процесс рекуперации этилового спирта из шрота плодов боярышника методом вытеснения водой представляет процесс массопередачи в системе твердое тело-жидкость. Однако, достижение равновесного состояния системы нарушается из-за интенсивного извлечения водой пектиновых веществ и образования желеобразных растворов. В результате данные

теоретических расчетов превышают фактическое содержание извлеченного этилового спирта в водных рекуператах.

## ЛИТЕРАТУРА:

1. Государственная Фармакопея СССР. XI издание: В 2 т. / МЗ СССР. – М.: Медицина, 1987. – вып.1: Общие методы анализа. – С.26-27.
2. Государственная Фармакопея СССР. XI издание: В 2 т. / МЗ СССР. – М.: Медицина, 1987. – вып.2: Общие методы анализа. Лекарственное растительное сырье. – С.283-289.
3. Хуткина Г.А. Изучение кинетики рекуперации поглощенного этанола водой из отработанного сырья красавки и боярышника при получении настоек // Современная медицина и фармация: Материалы конф. студентов и молодых ученых ВГМУ. – Витебск, 2001. – С. 286-289.
4. Г.А. Хуткина. Эффективность рекуперации водой этилового спирта из растительного сырья при получении фитопрепаратов (сообщение 1) // Вестник фармации. Витебск, 2002. - №3-4, с.53-59.

**Таблица 1.**Выход экстрактивных веществ из плодов боярышника при экстрагировании 90 % этиловым спиртом и последующей рекуперации поглощенного экстрагента водой (n=3)

Стадия процесса	Продолжительность стадии, час.	Объем извлечения, мл	Содержание экстрактивных веществ в извл., %	Выход экстрактивных веществ, %
1-е настаивание со спиртом	24	20,5	3±0,89	21,93
2-е настаивание со спиртом	2	20,5	0,88±0,50	6,43
3-е настаивание со спиртом	2	19	0,58±0,49	3,93
4-е настаивание со спиртом	2	19	0,47±0,32	3,18
1-е настаивание с водой	1	10,5	2,14±0,54	7,84
2-е настаивание с водой	1	10,5	1,7±0,74	6,36
Всего:	32	100		49,67

**Таблица 2.** Эффективность рекуперации поглощенного этилового спирта методом ремацерации водой из шрота плодов боярышника

№ п/п	Определяемые показатели	Результаты определений	Метрологические характеристики n = 5, f = 4, t (95 %, 4) = 2,78
1.	Масса израсходованного для экстрагирования абсолютного этилового спирта, г	59,63 63,87 63,58 64,31 60,40	$X \pm \Delta X = 62,36 \pm 2,69$ $S^2 = 4,71637$ $S = 2,17172$ $\Delta X = \pm 6,04$ $\bar{e} = 4,31 \%$
2.	Концентрация этилового спирта в системе сырье-экстрагент с учетом влажности сырья, % по массе	84,93 84,98 84,98 84,98 84,94	$X \pm \Delta X = 84,96 \pm 0,03$ $S^2 = 0,00062$ $S = 0,02490$ $\Delta X = \pm 0,07$ $\bar{e} = 0,04 \%$
3.	Масса удержанного сырьем абсолютного этилового спирта, г	6,37 6,37 5,70 6,09 6,42 6,19	$\bar{X} \pm \Delta \bar{X} = 6,19 \pm 0,38$ $S^2 = 0,09195$ $S = 0,30323$ $\Delta X = \pm 0,84$ $\bar{e} = 6,14 \%$
4.	Масса жидкой фазы при 1-й мацерации водой, г	32,29 33,99 34,71 31,72 32,66	$X \pm \Delta X = 33,07 \pm 1,54$ $S^2 = 1,53373$ $S = 1,23844$ $\Delta X = \pm 3,44$ $\bar{e} = 4,66 \%$
5.	Масса слитого извлечения после 1-й мацерации водой, г	16,47 15,55 16,05 16,15 16,31	$X \pm \Delta X = 16,11 \pm 0,43$ $S^2 = 0,12208$ $S = 0,34939$ $\Delta X = \pm 0,97$ $\bar{e} = 2,67 \%$
6.	Масса жидкой фазы, оставшейся в сырье после 1-й мацерации водой, г	15,83 18,44 18,66 15,57 16,35	$X \pm \Delta X = 16,97 \pm 1,83$ $S^2 = 2,16525$ $S = 1,47148$ $\Delta X = \pm 4,09$ $\bar{e} = 10,78 \%$
7.	Извлечено абсолютного этилового спирта при 1-й мацерации водой, г	3,25 2,91 2,64 3,10 3,21	$X \pm \Delta X = 3,02 \pm 0,31$ $S^2 = 0,06297$ $S = 0,25094$ $\Delta X = \pm 0,70$ $\bar{e} = 10,26 \%$

8.	Остаток абсолютного этилового спирта в сырье после 1-й мацерации водой, г	3,12 3,46 3,06 2,99 3,21	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 3,17 \pm 0,23$ $S^2 = 0,03317$ $S = 0,18213$ $\Delta X = \pm 0,51$ $\bar{e} = 7,25 \%$
9.	Масса жидкой фазы при 2-й мацерации водой, г	27,11 31,56 31,91 26,89 28,09	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 29,11 \pm 3,03$ $S^2 = 5,95282$ $S = 2,43984$ $\Delta X = \pm 6,78$ $\bar{e} = 10,41 \%$
10.	Масса слитого извлечения после 2-й мацерации водой, г	10,02 12,74 11,50 12,42 11,14	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 11,56 \pm 1,35$ $S^2 = 1,17088$ $S = 1,08207$ $\Delta X = \pm 3,01$ $\bar{e} = 11,68 \%$
11.	Извлечено абсолютного этилового спирта при 2-й мацерации водой, г	1,15 1,39 1,10 1,38 1,27	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 1,26 \pm 0,16$ $S^2 = 0,01727$ $S = 0,13141$ $\Delta X = \pm 0,36$ $\bar{e} = 12,76\%$
12.	Суммарно извлечено абсолютного этилового спирта водой, г	4,40 4,31 3,74 4,48 4,48	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 4,28 \pm 0,39$ $S^2 = 0,09672$ $S = 0,31099$ $\Delta X = \pm 0,86$ $\bar{e} = 9,11\%$
13.	Остаток абсолютного этилового спирта в отработанном сырье, г	1,97 2,06 2,05 1,61 1,94	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 1,93 \pm 0,23$ $S^2 = 0,03383$ $S = 0,18393$ $\Delta X = \pm 0,51$ $\bar{e} = 11,92\%$
14.	% извлеченного абсолютного этилового спирта по отношению к удержанному	69,07 67,66 65,60 73,56 69,78	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 69,13 \pm 3,66$ $S^2 = 8,66818$ $S = 2,94418$ $\Delta X = \pm 8,18$ $\bar{e} = 5,29 \%$
15.	Масса объединенных водных сливов, г	26,49 28,29 26,55 28,57 27,45	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 27,47 \pm 1,19$ $S^2 = 0,92240$ $S = 0,96042$ $\Delta X = \pm 2,67$ $\bar{e} = 4,33 \%$
16.	% извлеченного абсолютного этилового спирта по отношению к израсходованному	7,38 6,75 5,88 6,97 7,42	$\bar{X} \pm \Delta\bar{X} = 6,88 \pm 0,78$ $S^2 = 0,39165$ $S = 0,62581$ $\Delta X = \pm 1,74$ $\bar{e} = 11,34 \%$

**Таблица 3. Результаты количественного определения этилового спирта в водных рекуператах шрота плодов боярышника**

№ опыта	Содержание этилового спирта, %	
	Результаты теоретических расчетов:	Найдено экспериментально:
1	20,48	17,38
2	18,82	15,67
3	17,43	13,77
4	19,36	16,39
5	20,13	17,17
Метрологические характеристики $n = 5, f = 4, t(95\%, 4) = 2,78$		
$\bar{X} \pm \Delta X = 19,244 \pm 1,50$ $S^2 = 1,44913$ $S = 1,203798$ $\Delta X = \pm 3,35$ $\bar{e} = 7,79\%$		$\bar{X} \pm \Delta X = 16,076 \pm 1,81$ $S^2 = 2,11958$ $S = 1,455878$ $\Delta X = \pm 4,05$ $\bar{e} = 11,26\%$